МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33579—
2015**

ЖИДКОСТИ ОХЛАЖДАЮЩИЕ НА ОСНОВЕ ЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ

Определение температуры начала кристаллизации автоматическим методом фазового перехода

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 октября 2015 г. № 81-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 марта 2016 г. № 180-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33579—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 6660—07 «Стандартный метод определения температуры кристаллизации водных охлаждающих жидкостей для двигателей на основе этиленгликоля автоматическим методом фазового перехода» («Standard test method for freezing point of aqueous ethylene glycol base engine coolants by automatic phase transition method», IDT).

Стандарт разработан Подкомитетом D 15.03 по физическим свойствам Комитета D 15 «Охлаждающие жидкости» Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Назначение и применение . . . 2
6 Аппаратура . . . 2
7 Реактивы и материалы . . . 3
8 Подготовка аппаратуры . . . 3
9 Калибровка и стандартизация . . . 3
10 Проведение испытаний . . . 3
11 Протокол испытаний . . . 3
12 Прецизионность и смещение . . . 4
Приложение А1 (обязательное) Аппаратура . . . 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам . . . 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЖИДКОСТИ ОХЛАЖДАЮЩИЕ НА ОСНОВЕ ЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ

Определение температуры начала кристаллизации автоматическим методом фазового перехода

Cooling liquids based on ethylene glycol. Determination of freezing point by automatic phase transition method

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения температуры начала кристаллизации водного раствора охлаждающих жидкостей.

1.2 Настоящий стандарт распространяется на охлаждающие жидкости на основе этиленгликоля концентрацией не более 60 % об. в воде; в межлабораторных исследованиях ASTM (см. 12.2) использовали образцы с содержанием воды от 40 % об. до 60 % об.

Примечания

1 При испытании охлаждающих жидкостей пробы конкретных концентраций готовят из представительных образцов по ASTM D 1176. Приготовленные охлаждающие жидкости повторно не разбавляют.

2 Можно использовать имеющиеся в продаже готовые продукты (уже разбавленные).

1.3 Значения, указанные в системе единиц СИ, считают стандартными. Значения в скобках приведены только для информации.

1.4 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)[1)].

ASTM D 1176, Standard practice for sampling and preparing aqueous solutions of engine coolants or antirusts for testing purposes (Стандартная практика отбора проб и приготовления водных растворов охлаждающих жидкостей или противокоррозионных присадок для проведения испытаний)

ASTM D 1177, Standard test method for freezing point of aqueous engine coolants (Стандартный метод определения температуры замерзания водных охлаждающих жидкостей)

ASTM D 3306, Standard specification for glycol base engine coolant for automobile and light-duty service (Стандартная спецификация на охлаждающие жидкости на основе гликоля для автомобилей, эксплуатируемых в легких условиях)

ASTM D 6210, Standard specification for fully-formulated glycol base engine coolant for heavy-duty engines (Стандартная спецификация на готовую к применению охлаждающую жидкость на основе гликоля для двигателей большой мощности)

[1)] Ссылки на стандарты ASTM можно уточнить на сайте ASTM: gost.e-ecolog.ru ужбе поддержки клиентов ASTM: gost.e-ecolog.ru оже в информационном томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Website standard's Document Summary).

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **метод автоматического фазового перехода** (automatic phase transition method): Процедуры автоматического охлаждения пробы охлаждающей жидкости до появления кристаллов, последующего контролируемого нагревания и регистрации температуры расплавления кристаллов.

3.2 **температура начала кристаллизации** (freezing point): Температура, при которой начинается кристаллизация без переохлаждения, или максимальная температура, достигаемая сразу после начала образования кристаллов при переохлаждении, или температура, при которой кристаллы, образовавшиеся при охлаждении, расплавляются при повышении температуры образца.

3.3 **устройство Пельтье** (Peltier device): Твердотельное термоэлектрическое устройство, сконструированное из разнородных полупроводниковых материалов таким образом, что оно нагревает или охлаждает образец в зависимости от направления электрического тока, приложенного к устройству.

4 Сущность метода

4.1 Охлаждают образец с помощью устройства Пельтье при постоянном освещении источником света. Образец непрерывно контролируется с помощью матрицы оптических детекторов для обнаружения образования первых кристаллов. После образования кристаллов образец нагревается с контролируемой скоростью до расплавления всех кристаллов. Используют достаточное количество детекторов для обнаружения кристаллов. Температура образца, при которой кристаллы расплавляются, регистрируется датчиком как температура начала кристаллизации.

5 Назначение и применение

5.1 Температура начала кристаллизации характеризует способность охлаждающей жидкости защищать двигатель от замерзания при низких температурах.

5.2 Температуру начала кристаллизации охлаждающей жидкости можно использовать для определения приблизительного содержания гликоля известного типа.

5.3 Температура начала кристаллизации, определенная по ASTM D 1177 или утвержденным альтернативным методом, является одним из требований ASTM D 3306 и ASTM D 6210.

5.4 Результаты испытаний, полученные по настоящему методу, выраженные с точностью до 0,1 °С, эквивалентны результатам, полученным по ASTM D 1177. Воспроизводимость результатов испытаний по настоящему методу лучше воспроизводимости по ASTM D 1177.

5.5 Для определения температуры начала кристаллизации по настоящему методу требуется меньше времени, чем по ASTM D 1177.

5.6 Настоящий метод значительно сокращает время работы оператора по сравнению с ASTM D 1177.

6 Аппаратура

6.1 Автоматический аппарат[1)]

Аппарат состоит из испытательной камеры, контролируемой микропроцессором, обеспечивающей охлаждение и нагревание испытуемого образца, оптическое детектирование появления и плавления кристаллов и регистрацию температуры образца.

6.2 Аппарат оснащен чашкой для образца, набором оптических детекторов, источником света, цифровым дисплеем, устройством Пельтье и устройством измерения температуры образца.

6.3 Устройство для измерения температуры образца в чашке должно обеспечивать измерение температуры испытуемого образца в диапазоне от минус 80 °С до плюс 50 °С с точностью до 0,1 °С.

6.4 Аппарат должен обеспечивать циркуляцию жидкой охлаждающей среды, отводящей тепло, выделяемое устройством Пельтье и другими электронными компонентами.

[1)] Можно использовать анализатор температуры кристаллизации Phase Technology, модели серии 70 и 70V. Единственным известным поставщиком аппарата в настоящее время является Phase Technology, i 1168 Hammersmith Gate, Richmond, B.C. Canada, V7A 5H8.

7 Реактивы и материалы

7.1 Охлаждающая среда

Теплообменная жидкость отвода тепла, выделяемого устройством Пельтье и другими электронными компонентами аппарата.

Примечание 3 — В некоторых аппаратах в качестве охлаждающей среды для доведения температуры образца до минус 60 °С применяют водопроводную воду. Охлаждение образца до температуры минус 80 °С обеспечивается циркуляцией жидкой охлаждающей среды температурой минус 30 °С или ниже. Зависимость между температурой охлаждающей среды и минимальной температурой образца приведена в инструкции изготовителя по эксплуатации аппарата.

7.2 Пипетка с регулируемым объемом[1], обеспечивающая дозирование (0,15 ± 0,01) см^3 образца.

Примечание 4 — **Предупреждение** — Использование тампонов на деревянном стержне может повредить зеркальную поверхность чашки для образца.

7.3 Ватные палочки[2] с пластиковым или бумажным стержнем для очистки чашки для образца.

8 Подготовка аппаратуры

8.1 Настраивают аппарат в соответствии с инструкциями изготовителя.

8.2 Подключают жидкостное охлаждение и убеждаются в отсутствии утечек.

8.3 Включают жидкостное охлаждение.

8.4 Включают главный выключатель питания аппарата. После завершения автоматической диагностики в цикле запуска на цифровом дисплее прибора отображается сообщение «Ready» («Готов»).

9 Калибровка и стандартизация

9.1 Следуют инструкции изготовителя по калибровке, проверке и эксплуатации аппарата.

9.2 Для проверки работы аппарата можно использовать образец с температурой начала кристаллизации, согласованной между заинтересованными сторонами.

10 Проведение испытаний

10.1 Открывают крышку испытательной камеры и ватным тампоном очищают чашку для образца внутри испытательной камеры.

10.2 Добавляют пипеткой (0,15 ± 0,01) см^3 образца в чашку для образца. Удаляют образец из чашки ватной палочкой до визуального отсутствия капель образца в чашке.

10.3 Повторяют процедуру по 10.2.

10.4 Осторожно добавляют (0,15 ± 0,01) см^3 образца в чашку для образца.

10.5 Закрывают и фиксируют крышку испытательной камеры.

10.6 Нажимают кнопку «RUN», расположенную на лицевой панели аппарата. Образец охлаждается с помощью устройства Пельтье при непрерывном контроле образования кристаллов оптическими детекторами. Температура образца непрерывно контролируется и отображается на лицевой панели аппарата. После обнаружения кристаллов образец нагревается до плавления кристаллов. Измерение автоматически прекращается при достижении температуры начала кристаллизации.

10.7 После завершения измерения значение температуры начала кристаллизации будет отображаться на лицевой панели аппарата.

10.8 Разблокируют и открывают крышку испытательной камеры и удаляют образец из чашки ватной палочкой.

11 Протокол испытаний

Регистрируют температуру, определенную по 10.7, как температуру начала кристаллизации по настоящему стандарту.

---

[1] Можно использовать пипетки Эппендорфа.

[2] Можно использовать ватные палочки Q-tips с бумажным или пластиковым стержнем.

12 Прецизионность и смещение

12.1 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода испытания была установлена по результатам статистической обработки межлабораторных исследований.

12.1.1 Повторяемость

Расхождение результатов двух испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать 0,6 °С (1,1 °F) только в одном случае из двадцати.

12.1.2 Воспроизводимость

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать 0,8 °С (1,4 °F) только в одном случае из двадцати.

12.2 Относительное смещение

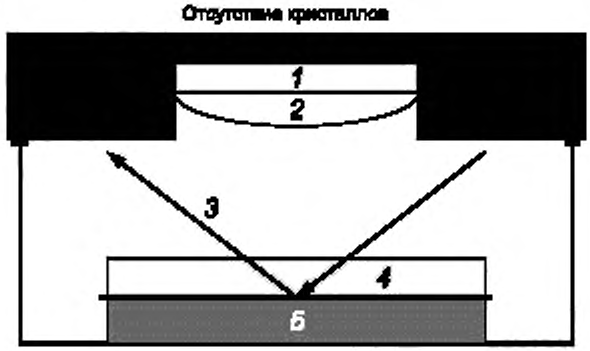
Среднее смещение автоматического метода и ручного метода по ASTM D 1177 составляет 0,67 °С. Оно не является статистически значимым с доверительной вероятностью 95 %. Прецизионность была получена при статистическом анализе результатов программы межлабораторных совместных исследований 1999 г. Участники проводили испытания пяти образцов охлаждающей жидкости на основе этиленгликоля концентрацией в диапазоне от 40 % об. до 60 % об. с шагом 5 % об. Восемь лабораторий применяли аппарат автоматического фазового перехода и семь лабораторий использовали ручной метод по ASTM D 1177. Межлабораторная программа проводилась двойным слепым методом. В семи лабораториях два аналитика проводили испытания разных наборов образцов каждым методом. Одна лаборатория применяла только автоматический метод. Каждая лаборатория получила два комплекта рандомизированных образцов, помеченных от А до Е и от 1 до 5. В лабораториях были проведены повторные испытания двадцати пяти образцов. Статистическая обработка результатов определения прецизионности метода была проведена с точностью до 0,1 °С, обеспечиваемой определением температуры начала кристаллизации методом автоматического фазового перехода. Информация о типах образцов и среднеарифметические значения температуры начала кристаллизации приведены в исследовательском отчете[1)].

[1)] Результаты программы межлабораторных испытаний, проведенных в 1999 г., можно получить в ASTM Headquarters при запросе исследовательского отчета ASTM RR:D15-1020.

Приложение А1
(обязательное)

Аппаратура

А1.1 Схема испытательной камеры, состоящей из оптических детекторов, линзы, источника света, чашки для образца, датчика температуры, устройства Пельтье и устройства для охлаждения, приведена на рисунке А1.1. Крышку испытательной камеры можно открывать для очистки чашки для образца и помещения нового образца. После закрытия и блокировки крышки камера становится герметичной. Для герметизации между крышкой и камерой используют уплотнительное кольцо. Стенки испытательной камеры из металлических и пластиковых компонентов должны быть черного цвета для минимизации отражения света.



1 — оптические детекторы; *2* — линза; 3 — отраженный луч; *4* — образец; *5* — термоэлектрическое устройство

Рисунок А1.1 — Схема испытательной камеры

А1.1.1 Чашка для образца должна иметь стенки из пластика черного цвета и дно из тщательно отполированного металла. Дно чашки является отражающей поверхностью для света. Нагревание и охлаждение образца через металлическое дно осуществляют с помощью устройства Пельтье.

А1.1.2 Датчик температуры, обеспечивающий снятие показаний с точностью до 0,1 °С, должен быть встроен в нижнюю часть чашки для образца на расстоянии не более 0,1 мм от наружной поверхности дна чашки. Датчик температуры, состоящий из одной платиновой нити, обеспечивает точное измерение температуры образца.

А1.1.3 Устройство Пельтье обеспечивает регулирование температуры образца в широком диапазоне, который меняется в зависимости от модели. При охлаждении образца тепло переносится от верхней части устройства к нижней. Образец будет охлаждаться, так как верхняя часть устройства находится в тепловом контакте с нижней частью чашки для образца. Нижняя часть устройства Пельтье находится в тепловом контакте с устройством для охлаждения, которое переносит тепло в охлаждающую среду. При нагревании образца происходит обратный процесс.

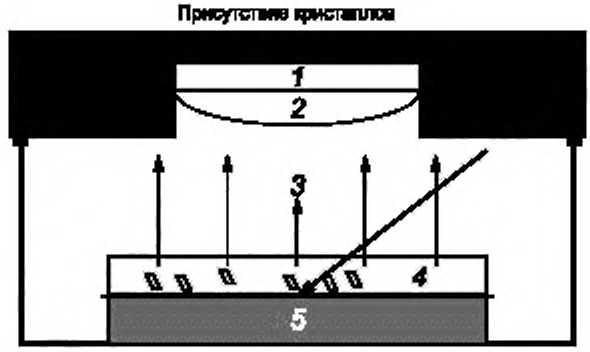
А1.1.4 Источник света с длиной волны (660 ± 10) нм располагают таким образом, чтобы обеспечить падение луча света на образец под заданным углом (см. рисунок А1.1). Свет отражается от полированного дна чашки для образца. Если образец является однородной жидкостью, отраженный луч падает на крышку камеры черного цвета и поглощается. При появлении в образце кристаллов отраженный луч рассеивается на границе твердой и жидкой фаз. Значительное количество рассеянного света попадает на линзу (см. рисунок А1.2).

А1.1.5 Оптические детекторы, расположенные над линзой, контролируют прозрачность образца. Расстояние между оптическими детекторами и линзой регулируют таким образом, чтобы изображение образца проецировалось на светочувствительную поверхность оптических детекторов. Используют достаточное количество оптических детекторов, чтобы охватить площадь отражения.

А1.2 На лицевой стороне аппарата расположены дисплеи и кнопки, как показано на рисунке А1.3 (в зависимости от модели расположение дисплеев и кнопок может отличаться).

А1.2.1 На дисплее для вывода сообщений отображается информация о состоянии аппарата. При выводе сообщения «READY» аппарат находится в режиме ожидания, неисправности отсутствуют. В конце испытания на дисплей выводится результат. При обнаружении неисправности аппарата на дисплей выводятся диагностические сообщения. Подробное описание диагностических сообщений приведено в руководстве пользователя.

А1.2.2 На дисплее для вывода температуры отображается текущая температура образца с точностью до 0,1 °С, обновляемая каждые 2 с.



1 — оптические детекторы; *2* — линза; *3* — рассеянный луч; *4* — образец; *5* — термоэлектрическое устройство

Рисунок А1.2 — Детектирование образования кристаллов

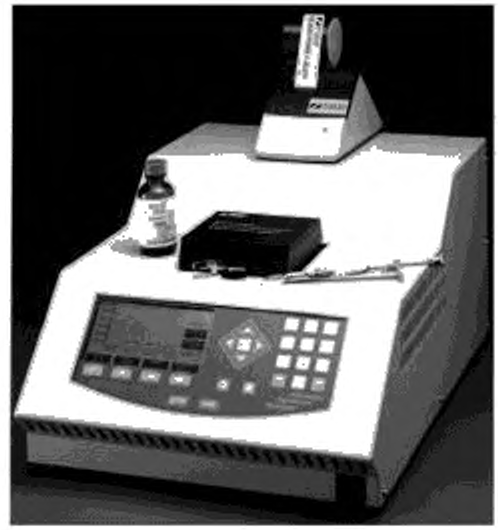


Рисунок А1.3 — Внешний вид аппарата

А1.2.3 На дисплее для вывода уровня светового сигнала отображается текущий уровень рассеянного света, попавшего на оптические детекторы, обновляемый каждые 2 с. Эту информацию использует обслуживающий персонал для устранения неполадок.

А1.2.4 Кнопка «RUN» позволяет оператору начать проведение испытаний сразу после помещения образца в испытательную камеру.

А1.2.5 Кнопка «RESET» позволяет оператору прекратить испытание. При нажатии на эту кнопку аппарат сразу остановит испытание и нагреет образец до температуры приблизительно 20 °С.

Примечание А1.1 — Полное описание, инструкции по установке, наладке и техническому обслуживанию приведены в руководстве изготовителя, поставляемом с каждым аппаратом и зарегистрированном в ASTM Headquarters. Подробные данные можно получить при запросе отчета RR:D15-1021.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 1176	—	*
ASTM D 1177	—	*
ASTM D 3306	IDT	ГОСТ 33591—2015 «Жидкости охлаждающие на основе гликолей для автомобилей с легкими условиями эксплуатации. Технические требования»
ASTM D 6210	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты.

УДК 661.175.5:536.421.4:006.354 МКС 75.100

Ключевые слова: охлаждающие жидкости на основе этиленгликоля, температура начала кристаллизации, метод автоматического фазового перехода

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *С.В. Сухарева*

Сдано в набор 22.08.2019. Подписано в печать 27.09.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru